

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-39398

(P2003-39398A)

(43)公開日 平成15年2月13日(2003.2.13)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テ-マコ-ト(参考)

B 8 2 B 3/00

B 8 2 B 3/00

審査請求 未請求 請求項の数 3 O.L (全 4 頁)

(21)出願番号

特願2001-229399(P2001-229399)

(22)出願日

平成13年7月30日(2001.7.30)

(71)出願人 000003713

大同特殊鋼株式会社

愛知県名古屋市中区錦一丁目11番18号

(72)発明者 藤井 利光

愛知県名古屋市南区大同町二丁目30番地

大同特殊鋼株式会社技術開発研究所内

(72)発明者 梅本 実

愛知県豊橋市天伯町字雲雀ヶ丘1-1 豊  
橋技術科学大学内

(74)代理人 100090022

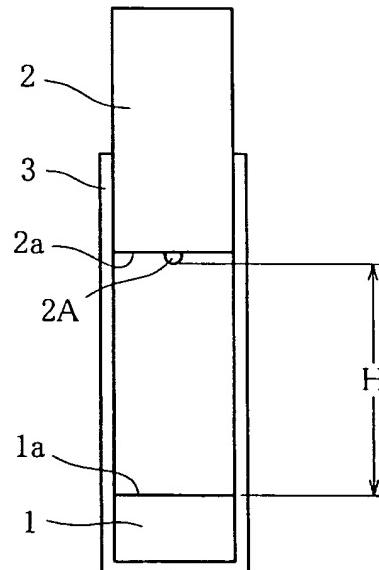
弁理士 長門 侃二

(54)【発明の名称】 金属製品表面のナノ結晶化方法

(57)【要約】

【課題】 最終製品の形状をした金属製品の表面に、直接、ナノ結晶を生成させる方法を提供する。

【解決手段】 少なくとも1個の突起2Aが表面2aに形成されている金属製重錘2の突起2Aを、金属製重錘2の運動量が突起2A1個当たりに換算して0.1kg·m/sec以上となるような状態で金属製品1の表面1aに衝突させ、突起が衝突した金属製品の表面箇所にナノ結晶を生成させる金属製品表面のナノ結晶化方法。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】少なくとも1個の突起が表面に形成されている金属製重錘の前記突起を、前記金属製重錘の運動量が前記突起1個当たりに換算して $0.1\text{ kg}\cdot\text{m}/\text{sec}$ 以上となるような状態で金属製品の表面に衝突させ、前記突起が衝突した前記金属製品の表面箇所にナノ結晶を生成させることを特徴とする金属製品表面のナノ結晶化方法。

【請求項2】前記突起が高さ $1\sim10\text{ mm}$ の球状突起であり、前記金属製重錘の質量が前記球状突起の数に $0.1\sim10\text{ kg}$ の範囲内の値を乗算した値であり、また衝突直前における前記金属製重錘の速度が $1\text{ m/sec}$ 以上である請求項1の金属製品表面のナノ結晶化方法。

【請求項3】前記球状突起の硬度が、少なくとも前記金属製品の表面硬度よりも高い請求項1または2の金属製品表面のナノ結晶化方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は金属製品表面のナノ結晶化方法に関し、更に詳しくは、既に最終の製品形状に製造されている金属製品の表面における必要部分の組織を、直接、高硬度のナノ結晶に変えることができる金属製品表面のナノ結晶化方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】各種の金型や切削工具は相手材との摩耗によって使用寿命が尽きる場合が多く、また歯車や駆動伝達用シャフト類の場合はそれらの表層部の疲労によって使用寿命の尽きることが多い。このような問題に対しては、上記した各製品の表層部を硬化することが有効である。

【0003】そのため、これらの製品に対しては、例えば浸炭処理、窒化処理、PVD処理、CVD処理などを施して表面を高硬度化してから実使用に供する場合が多い。しかしながら、上記した表面処理は一般に高温下で行われ、例えば製品の鋼種にもよるが、その変態点以上の温度下で行われるので、処理後にあっては、製品に歪みの発生がある。

【0004】ところで、最近、金属粉末の分野では、ナノ結晶組織とよばれる金属組織の存在が明らかにされている。このナノ結晶とは、直径が $1000\text{ nm}$  ( $1\mu\text{m}$ )以下の結晶粒で構成された金属組織と定義されていて、その特徴は、同一成分から成る金属材料の焼入れ品に比べて、超かに高硬度であるという点にある。したがって、上記した各種製品の表面にナノ結晶を成長させることができれば、その製品の表面は著しく高硬度化して、その耐用寿命を延ばすことが可能であると考えられる。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記したナノ結晶の存在は、金属粉末の分野で確認されているのが現状である。すなわち、所定成分の金属粉末を硬質

ボールを用いてミリングして当該金属粉末に短時間で極めて大きい機械的エネルギーを投入し、その超強加工を受けた金属粉末の表面での存在が確認されているにとどまっている。

【0006】このようにして、確かに、表面にナノ結晶が存在してその部分は著しく高硬度になっている金属粉末の製造は可能である。しかしながら、その金属粉末を出発原料にして所定の製品形状をした表面高硬度の金属製品を製造することは必ずしも可能ではない。例えば、金属粉末から所定形状の製品を製造する場合、通常は焼結やHIPなどの工程を経ているが、これらの工程で不可避の高温熱処理によって、金属粉末表面のナノ結晶の粗大化などにより軟化が進行し、得られた製品の表面は必ずしも高硬度化しないからである。

【0007】また、この場合には、金属粉末の製造—その表面のナノ結晶化—焼結やHIPなどの各処理工程が必要であり、そのため、製造コストは高くなるという問題もある。本発明は、金属粉末の表面へナノ結晶を生成させる従来の方法とは異なり、既に最終の製品形状に加工されている金属製品に対し、高硬度化が必要な表面部分のみを、直接、ナノ結晶化することができる金属製品表面のナノ結晶化方法の提供を目的とする。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記した目的を達成するために鋭意研究を重ねる過程で、金属製品の表面の必要部分に選択的にナノ結晶を生成させるためには、その部分に、高歪み速度で大きな歪みを与えること、すなわち短時間で当該必要部分の強加工を行うことが必要条件であるとの着想を抱いた。

【0009】そして、質量が比較的大きい金属製重錘の表面に突起を設け、その突起を、対象とする金属製品の表面に衝突させることにより当該衝突面に高歪み速度で大きな歪みを付加した状態を実現する実験を行い、金属製品における突起衝突面の組織を観察したところ、そこにはナノ結晶が生成していることを確認した。そして、突起の形状、衝突の態様などに関して更なる研究を重ね、本発明方法を開発するに至った。

【0010】すなわち、本発明の金属製品表面は、少なくとも1個の突起が表面に形成されている金属製重錘の前記突起を、前記金属製重錘の運動量が前記突起1個当たりに換算して $0.1\text{ kg}\cdot\text{m}/\text{sec}$ 以上となるような状態で金属製品の表面に衝突させ、前記突起が衝突した前記金属製品の表面箇所にナノ結晶を生成させることを特徴とする。

【0011】具体的には、前記突起が高さ $1\sim10\text{ mm}$ の球状突起であり、前記金属製重錘の質量が前記球状突起の数に $0.1\sim10\text{ kg}$ の範囲内の値を乗算した値であり、また衝突直前における前記金属製重錘の速度が $1\text{ m/sec}$ 以上であり、前記球状突起の硬度が、少なくとも前記金属製品の表面硬度よりも高い金属製品表面のナノ

結晶化方法が提供される。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明方法を実施するための装置の1例を概略図として図1に示す。この装置は、後述する金属製重錘を、対象とする金属製品の表面に自然落下させて両者の衝突を行わせる装置である。図1において、表面1aにナノ結晶を生成させるための金属製品1が筒体3の底部に配置されている。

【0013】ここで、金属製品1は既に最終の製品形状に加工されたものであり、また、金属製品1の外側形状と筒体3の内側形状は略同形状になっていて、金属製品は筒体3の中で遊動できないようになっている。筒体3の上部の中には金属製重錘2が配置されている。そして、この金属製重錘2の表面2aには後述する突起2Aが1個形成されていて、その高さ位置は金属製品1の表面1aから高さH(m)だけ上方になっている。また、この突起2Aは、金属製品の表面1aのうち、ナノ結晶を生成すべき箇所をターゲットにして、それと対向する金属製重錘の表面箇所に形成されている。

【0014】この状態にある金属製重錘2を自然落下させる。その結果、金属製重錘2の突起2Aは、図2で示したように、金属製品1の表面の所定部分に衝突する。この時、金属製重錘2の質量をM(kg)とすると、当該金属製重錘2が金属製品1の表面に衝突するときの速度V(m/sec)は $\sqrt{(2gH)}$ (gは重力加速度)になる。

【0015】すなわち、この金属製重錘2の突起2Aは、 $M \cdot \sqrt{(2gH)}$ (kg·m/sec)の運動量をもって金属製品1の表面に衝突する。その結果、上記した運動量の時間的変化である力が1個の突起2Aを介して金属製品1の衝突箇所に作用する。そして、衝突は瞬時に終わるので衝突箇所に作用する力は非常に大きくなる。すなわち、金属製品1の前記衝突箇所は突起2Aにより極めて短時間で強加工された状態になり、ナノ結晶化が進むことになる。

【0016】ここで、上記した運動量： $M \cdot \sqrt{(2gH)}$ は $0.1\text{ kg} \cdot \text{m/sec}$ 以上の値であることが必要である。運動量が $0.1\text{ kg} \cdot \text{m/sec}$ より小さい場合には、金属製品1の表面におけるナノ結晶化は生じない。すなわち、突起2Aが $0.1\text{ kg} \cdot \text{m/sec}$ 以上の運動量で金属製品1の表面に衝突するとき、その衝突箇所のナノ結晶化を実現することができる。

【0017】なお、突起2Aとしては、図3で示したように、金属製重錘2の表面2aから $1\sim10\text{ mm}$ の高さ(h)で突出する半球形状をした球状突起であることが好ましい。また楕円形状をして突起していてよい。更に、ナノ結晶化をめざす金属製品の表面箇所が複数である場合、この突起2Aは前記表面箇所をターゲットとして表面2aの対応箇所に複数箇所形成されていてよい。

【0018】ところで、上記した運動量は金属製重錘2の質量(M)と衝突時の速度(V)との関数である。本発明者の実験によれば、突起2Aが高さ(h)1~10mmの球状突起であり、しかもそれが1個形成されている金属製重錘2を用いた場合、当該金属製重錘の質量(M)を $0.1\sim10\text{ kg}$ に設定し、 $1\text{ m/sec}$ 以上の速度で衝突させることによりナノ結晶化を実現することができた。

【0019】突起2Aが複数個形成されている金属製重錘2を用いる場合には、その金属製重錘の質量を、突起2Aが1個の場合の質量( $0.1\sim10\text{ kg}$ の範囲)に突起2Aの個数を乗算した値に設定し、それを $1\text{ m/sec}$ 以上の速度で金属製品1の表面に衝突させればよい。全ての突起2Aでは上記した $0.1\text{ kg} \cdot \text{m/sec}$ 以上の運動量を満足しているので、各突起の衝突箇所におけるナノ結晶化が進行する。

【0020】図1では金属製重錘の自然落下を利用する衝突の例を示したが、衝突の様様はこれに限定されるものではなく、例えば空気圧や油圧を用いて金属製重錘と金属製品の表面を衝突させてもよい。その場合、衝突時の速度(V)は自然落下の場合に比べて傾向的に遅くなるので、金属製重錘の質量(M)を大きくして運動量が $0.1\text{ kg} \cdot \text{m/sec}$ 以上となるように設定することが必要になる。

【0021】また、衝突は1回で止める必要はなく、金属製品表面の強加工を進めるためには、むしろ複数回反復して行うことの方が好適である。更には、突起2Aの方が金属製品1よりも高硬度であることが好ましい。逆の場合には、衝突時に、その運動量が大きすぎると、当該突起2Aの座屈などが起こり、金属製品1の表面に対する強加工に難が生ずるからである。

【0022】

【実施例】金属製品として、共析鋼(Fe-0.89%C)から成り、直径45mm、厚み8mmの円板を用意した。この表面硬度(HV)は284である。次に、直径45mm、長さ16.5mmで、その質量(M)が1.907kgである円柱体の表面中心に、高さ6mmの球状突起2Aが1個形成されている重錘2を用意した。この球状突起2Aの硬度(HV)は820である。

【0023】図1で示したように、内径45.1mm、長さ1200mmの筒体3の底部に上記円板1をセットし、上部に重錘2を固定配置した。円板1の表面と重錘2の球状突起2Aとの距離(H)は1mに設定した。ついで、重錘2を自然落下させて円板1と衝突させた。この時、衝突直前の速度( $\sqrt{(2gH)}$ )は4.43m/secであるから、重錘2Aの運動量は $8.45\text{ kg} \cdot \text{m/sec}$ となっている。

【0024】この衝突-重錘の引き上げ・固定を反復して行い、50回衝突後に円板1を取り出し、その衝突箇所を透過型電子顕微鏡(×105000)で観察した。

その結果を図4に示した。図4において、矢印で示した箇所などでナノ結晶を確認することができる。なお、電子顕微鏡観察では、コントラストの関係で、必ずしも全面で結晶粒は観察されない。図4から明らかなように、円板1の処理表面の結晶粒径は50～90nmと非常に微細であり、これらがナノ結晶であることがわかる。

【0025】なお、円板1の処理表面（約10mmの広さ）の硬度を測定したところHV値で940であり、極めて高硬度化していた。また、硬度（HV）204の共析鋼に対し、同一の条件で衝突を試みた。そして、円板1の処理表面における断面表層を走査型電子顕微鏡で観察した（×1000）。その結果を図5に示した。図5において、表面直下の均一なコントラストの部分がナノ結晶領域である。母相には球状化した炭化物（白色の粒状物）が、多数、認められるのに対し、ナノ結晶領域では炭化物が固溶していることがわかる。炭化物を含む材料では、ナノ結晶化により炭化物が固溶していることも特徴である。

#### 【0026】

【発明の効果】以上の説明で明らかのように、本発明方法によれば、既に製品形状になっている金属製品の表面に、直接、極めて高硬度なナノ結晶を生成させることができる。したがって、本発明方法を既に最終製品の形状になっている例えば金型、切削工具、歯車、駆動伝達用

シャフト類などの必要表面に適用することにより、選択的にその部分の耐摩耗性や疲労強度を高め、耐用寿命を長くすることができる。

【0027】なお、本発明方法で表面をナノ結晶化した金属製品に対し、例えば焼鈍処理を行うことにより、表面硬度を適切に調整することもできる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明方法で用いる装置の1例の概略図である。

【図2】金属製重錘の突起が金属製品の表面に突起した状態を示す概略図である。

【図3】金属製重錘表面の球状突起例を示す斜視図である。

【図4】実施例で得られた円板表面の透過型電子顕微鏡写真である。

【図5】実施例で得られた円板表面の断面表層の走査型電子顕微鏡写真である。

#### 【符号の説明】

1 金属製品

1a 金属製品1の表面

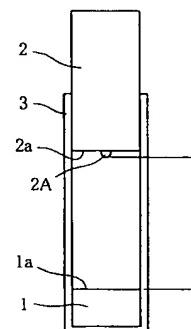
2 金属製重錘

2a 金属製重錘2の表面

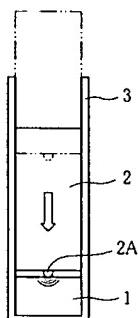
2A 突起

3 筒体

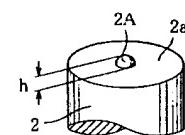
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】



【図5】



# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 2003-039398  
(43) Date of publication of application : 13. 02. 2003

(51) Int. Cl.

B82B 3/00

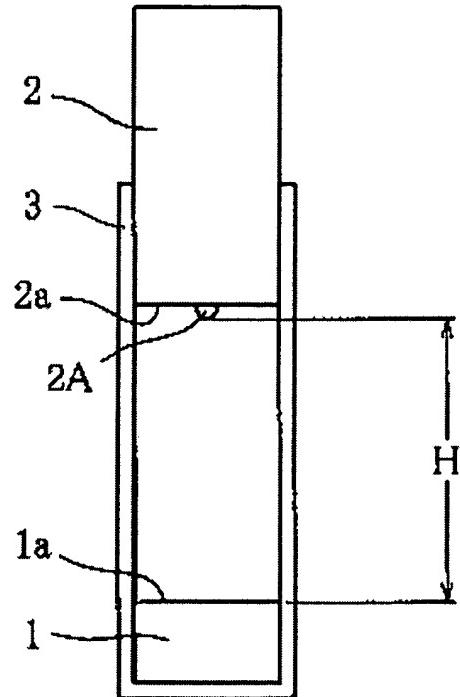
(21) Application number : 2001-229399 (71) Applicant : DAIDO STEEL CO LTD  
(22) Date of filing : 30. 07. 2001 (72) Inventor : FUJII TOSHIMITSU  
UMEMOTO MINORU

## (54) METHOD OF NANOCRYSTALLIZATION FOR SURFACE OF METAL PRODUCT

### (57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method of producing nanocrystals directly on the surface of a metal product shaped as a final product.

SOLUTION: The method of nanocrystallization for the surface of a metal product includes urging a metal weight 2 having at least one protrusion 2A formed on its surface 2a to have its protrusion 2A collided against the surface 1a of the metal product 1 under a condition in which the momentum of the weight 2 is 0.1 kg.m/sec or more in terms of the momentum of one protrusion 2A, and allowing nanocrystals to form on the surface portion of the metal product against which the protrusion collided.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's

**BEST AVAILABLE COPY**

decision of rejection]

[Date of requesting appeal against  
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**BEST AVAILABLE COPY**